

JP2002115065

**Title:**  
**FILM DEPOSITION APPARATUS AND FILM DEPOSITION METHOD**

**Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To suppress generation of defects in a deposited film by preventing generation of dust inside a film deposition apparatus. **SOLUTION:** At least a part of the surface of a member facing a discharge space inside the film deposition apparatus is roughened so that 10-point mean roughness  $R_z$  is 5  $\mu\text{m}$  to 200  $\mu\text{m}$ , and the mean angle of inclination  $\theta$  is 5 deg. to 45 deg..

(10) 日本特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-115065

(P2002-115065A)

(43) 公開日 平成14年4月19日 (2002.4.19)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	チャート (参考)
C 2 3 C 16/44		C 2 3 C 16/44	J 2 H 0 6 8
16/24		16/24	4 K 0 3 0
16/50		16/50	5 F 0 4 5
G 0 3 G 5/08	3 1 1	G 0 3 G 5/08	3 1 1 5 F 0 5 1
	3 6 0		3 6 0

審査請求 本請求 前請求項の数10 O L (全 17 頁) 最末尾に続く

(21) 出願番号 特願2000-309435 (P2000-309435)

(22) 出願日 平成12年10月10日 (2000.10.10)

(71) 出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(72) 発明者 秋山 和敬

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

(72) 発明者 村山 仁

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

(74) 代理人 100086328

弁理士 金田 備之 (外2名)

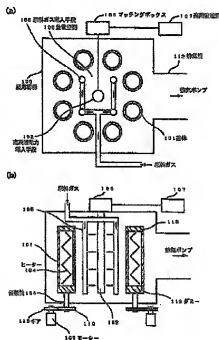
最末尾に続く

## (54) 発明の名称 堆積膜形成装置および堆積膜形成方法

## (57) 【要約】

【課題】 堆積膜形成装置内部のダストの発生を防止し、堆積膜中の欠陥の発生を抑制する。

【解決手段】 堆積膜形成装置の内部の放電空間に面する部材の少なくとも一部の表面を、1.0点平均粗さR<sub>a</sub>が5μm以上200μm以下でかつ、平均傾斜角θ<sub>a</sub>が5度以上45度以下の範囲となるように粗す。



(2)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 減圧可能な反応容器内に設置された基体上に堆積膜を形成する堆積膜形成装置であって、前記基体以外の堆積膜が付着する部材の表面の少なくとも一部の表面の粗さにおいて十点平均粗さ  $R_z$  が  $5\mu\text{m}$  以上  $200\mu\text{m}$  以下の範囲でありかつ、平均傾斜角  $\theta_a$  が  $5$  度以上  $45$  度以下の範囲にあることを特徴とする堆積膜形成装置。

【請求項2】 請求項1に記載の堆積膜形成装置において、該堆積膜形成装置は、反応容器内に少なくとも基体、原料ガスを供給する手段、電力を供給する手段とを備え、前記電力により前記原料ガスを分解、グロー放電を生起することにより基体上に堆積膜を形成するプラズマCVD装置であることを特徴とする堆積膜形成装置。

【請求項3】 前記部材は防着板であることを特徴とする請求項1または2に記載の堆積膜形成装置。

【請求項4】 前記部材の少なくとも一部はセラミックス材料で形成されたことを特徴とする請求項1から3のいずれか1項に記載の堆積膜形成装置。

【請求項5】 前記セラミックス材料がアルミナ、窒化ホウ素、窒化アルミのうちの少なくとも一種類から選択された材料であることを特徴とする請求項4に記載の堆積膜形成装置。

【請求項6】 減圧可能な反応容器内に基体を設置し、真空雰囲気中で基体上に堆積膜を形成する堆積膜形成方法であって、

前記基体以外の部材の少なくとも一部を十点平均粗さ  $R_z$  が  $5\mu\text{m}$  以上  $200\mu\text{m}$  以下の範囲で、かつ平均傾斜角  $\theta_a$  が  $5$  度以上  $45$  度以下の範囲になるように粗した表面に面した空間において、前記堆積膜を形成することを特徴とする堆積膜形成方法。

【請求項7】 請求項6に記載の堆積膜形成方法において、内部に少なくとも基体、原料ガスを供給する手段、電力を供給する手段とを備えた減圧可能な反応容器を用い、放電空間内に前記原料ガスと前記電力を供給し、グロー放電を発生させる工程を有するプラズマCVD法によって前記堆積膜を形成することを特徴とする堆積膜形成方法。

【請求項8】 前記部材に防着板を用いることを特徴とする請求項6または7に記載の堆積膜形成方法。

【請求項9】 前記部材の少なくとも一部にセラミックス材料で形成されたものを用いることを特徴とする請求項6から8のいずれか1項に記載の堆積膜形成方法。

【請求項10】 前記セラミックス材料がアルミナ、窒化ホウ素、窒化アルミのうちの少なくとも一種類から選択された材料であることを特徴とする請求項9に記載の堆積膜形成方法。

【請求項11】 請求項6から10のいずれか1項に記載の堆積膜形成方法において、基体上にアモルファスシリコン堆積膜を形成するアモルファスシリコン系電子写

真感光体の形成に用いることを特徴とする堆積膜形成方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は基体上に堆積膜、機能性堆積膜、特に半導体デバイス、電子写真用光受容部材、画像入力用ラインセンサー、撮像デバイス、光起電力デバイス等に用いる堆積膜形成装置、とりわけアモルファス半導体を形成するプラズマCVDによる堆積膜形成装置および、前記装置を用いた堆積膜の形成方法に関する。また前記装置を用いて基体上にアモルファスシリコン系堆積膜を形成するアモルファスシリコン系電子写真感光体の形成方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、半導体デバイスの製造においては、いわゆるRFプラズマCVD法が採用されている。当該RFプラズマCVD法においては、 $13.56\text{MHz}$  の高周波が電波法に基づく観点から一般的に使用されている。また、周波数  $2.45\text{GHz}$  のいわゆるマイクロ波を用いたマイクロ波CVD法が提案されている。マイクロ波CVD法は、RFプラズマCVD法では達成できない利点を有する。即ち、マイクロ波プラズマCVD法によれば、極めて高いガス利用効率で、格段に大きい膜堆積速度を達成できる。特開昭60-186849号公報には周波数  $2.45\text{GHz}$  のいわゆるマイクロ波を用いたマイクロ波CVD法が開示されている。

【0003】 こうした原料ガスの分解方法にかかわる開発とあわせて、いかにデバイスを高品質で安定して供給するかという観点からも堆積膜の形成装置の開発は進められている。

【0004】 特に、プラズマCVD装置においては、堆積膜形成中に装置内部でダストが発生するとデバイスの品質を著しく悪化させることから、これを防止する観点から様々な提案がなされてきた。たとえば、特開平9-219373号（以下、文獻1と記す）では、高周波電力導入手段の表面の粗さ（十点平均粗さ： $R_z$ ）を  $5\mu\text{m}$  から  $200\mu\text{m}$  にすることで、堆積膜形成中のダストの発生の主原因となる「膜はがれ」を防止した例が開示されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、近年では、上記のような半導体デバイスを用いた機器の総合的な性能の向上により、デバイス自体についてもさらに高品質化の要求が高まってきている。

【0006】 特に電子写真の分野においては、前述のような「膜はがれ」などを原因としてダストが発生すると、感光体表面上にさまざまな欠陥を誘発する。こうした欠陥のひとつとして「球状突起」があげられる。球状突起は、長期にわたって画像形成を繰り返すと、コピー画像上に白い点が発生させるいわゆる白が子や、逆に黒

50

(3)

い点を発生させるいわゆる黒ガスを発生させる原因となることがある。

【0007】また、別の欠陥の例として堆積膜に発生する「しみ」が挙げられる。「しみ」は堆積膜表面上に薄い白痕のような模様が目視で確認される現象で、従来はたとえば洗浄などの基体の表面処理の問題とされていた。しかし、堆積膜形成前、あるいは堆積膜形成のごく初期に基体や堆積膜の表面に付着したダストによっても発生する場合もあることがわかってきた。

【0008】この様に電子写真の分野では、他のデバイスと比較して早くかつ大面積の堆積膜が必要とされることにより、本質的に欠陥が発生しやすい傾向にあるため、とりわけダストに対する周到な対策が必要となる。加えて、オフィス環境の改善のための小スペース化や、低価格化の流れが強まる傾向にあり、ゆえに感光体の小径化、プロセススピードの高速化が加速する現状にあり、従来は注目されていなかった点、新たな問題として顕在化する場合は出てきている。

【0009】たとえば、前記の球状突起に関しては、直径10ミクロン未満の球状突起は従来は問題を引き起こす例はほとんどなかったが、プロセス条件によっては長期にわたって画像形成を繰り返した場合に画像欠陥の原因となりうるということがわかってきた。

【0010】また「しみ」についても、ダストを原因とした「しみ」は、基体の表面処理を原因として発生するものに比べると発生する範囲も小さく目立ちにくいことから、従来は大きな問題とはならなかったが、プロセススピードが高速化するにつれ、ハーフトーン画像上で画像欠陥として現れる場合もある。

【0011】しかしながら、このような微少な球状突起や「しみ」については前述のように十点平均粗さ（以下、 $R_z$ と表記）を制御しても必ずしも十分な効果が得られていないことも明らかにしてきた。

【0012】このような背景から堆積膜形成装置に対して従来以上に膜はがれやダストの対策が求められている。

【0013】本発明の目的は、堆積膜を形成する際に反応容器内で発生するダストや膜はがれを効果的に防止できる堆積膜形成装置を提供することにある。

【0014】また本発明の別の目的は、堆積膜を形成する際に反応容器内で発生するダストや膜はがれを効果的に防止することでとりわけ球状突起や「しみ」の発生を抑制し、欠陥の少ない、品質に優れた堆積膜を形成できる形成方法を提供することにある。

【0015】

【課題を解決するための手段】本発明は上記課題を解決するため、堆積膜形成装置および堆積膜形成方法を以下の様に構成したものである。

4

【0016】すなわち、本発明の堆積膜形成装置は、反応容器と、前記反応容器内にグロー放電を発生させるための電力導入手段と、ガスを供給するためのガス導入手段とを有する堆積膜形成装置において、放電空間に面する、基体以外の部材の表面の少なくとも一部の表面において10点表面粗さ $R_z$ が $5\mu\text{m}$ 以上 $200\mu\text{m}$ 以下の範囲でかつ、平均傾斜角 $\theta_a$ が5度以上、45度以下の範囲にあることを特徴とする。また、本発明の堆積膜形成方法は、放電空間内にグロー放電を発生させるための電力とガスを供給し、グロー放電を発生させる工程を有する堆積膜形成方法であって、基体以外の部材の少なくとも一部を十点平均粗さ $R_z$ が $5\mu\text{m}$ 以上 $200\mu\text{m}$ 以下の範囲で、かつ平均傾斜角 $\theta_a$ が5度以上45度以下の範囲になるように粗した表面に面した空間において、グロー放電を発生し堆積膜を形成することを特徴とする。

【0017】（作用）本発明によれば、堆積膜形成装置の反応容器の内部を構成する部材の表面を上記の範囲に制御することで、堆積膜形成の際にダストの発生を効果的に防止することができる。したがって球状突起や「しみ」の少ない堆積膜を容易に得ることができる。

【0018】以下に本発明の作用を、本発明を完成するに至った経緯によって詳細に説明する。

【0019】堆積膜の膜はがれを防止するために反応容器内部を構成する部材の表面性を適当に制御することが有効であり、 $R_z$ を適当に制御することで効果が挙げられたのは前述の通りである。これは、上記の部材の表面を粗くすることにより単位面積当たりの部材と堆積膜の接触面が広がって堆積膜の密着性が向上するためと理解される。このため $R_z$ を大きくする方が膜の密着性が向上するとされている。その一方で、密着なく $R_z$ を大きくすることは表面処理あるいは加工上困難である。以上のような理由により文献1によれば、望ましい $R_z$ の値は $5\sim 200\mu\text{m}$ の範囲とされている。しかしながら、部材表面の粗さを上記の範囲に制御しても直径 $10\mu\text{m}$ 未満の球状突起や「しみ」に対しては、大きな効果が得られない場合もあった。

【0020】本発明者は文献1の結果に習い、反応容器の内部を構成する部材の表面粗さと、形成した電子写真感光体上に発生する球状突起および「しみ」の関係を調べるため、以下に示す実験を行った。

【0021】（実験1）図1に示した堆積膜形成装置を用いて、高周波電力導入手段の2.5mmを基準長さとする十点平均粗さ $R_z$ を $5\sim 200\mu\text{m}$ の範囲で変化させ、図2に示した層構成の電子写真用感光体を表1の条件で作成した。

【0022】

【表1】

(4)

5	6		
図様式	電荷注入阻止層	光電極層	表面層
原料ガス供給			
SiH <sub>4</sub> (ml/min (Normal))	500	1000	100
H <sub>2</sub> (ml/min (Normal))	500		
32% (SiH <sub>4</sub> に対して)	1000	2	
CH <sub>4</sub> (ml/min (Normal))			300
基板温度 (°C)	250	250	250
内圧 (Pa)	6	4	4
高周波電力 (w) (10.6 MHz)	5,000	5,000	3,000
膜厚 (μm)	3	30	0.5

表1において層厚はおおよその目安を示している。

【0023】なお、Rzの測定はJIS-B 0601に従った。JIS-B 0601によればRzの定義は図3のようになる。すなわち測定物の粗さ曲線から基準長さだけ取り出し、取り出した粗さ曲線の平均値から最も高い山頂から5番目までの山頂の距離(Yp1~Yp5)の絶対値の平均と、最も低い谷底から5番目までの谷底の距離(Yv1~Yv5)の絶対値の平均との和をもってRzとしている。

【0024】図1において、(a)は電子写真感光体を形成するための堆積膜形成装置の横断面、(b)は縦断面を示している。この装置では反応容器100は排気管112を介して排気装置(図示せず)に接続されている。基体101は高周波電力導入手段102を中心とする円周上に複数(図1では8本)配置され、その配置円内に放電空間103を形成する。放電空間103内には原料ガス導入手段105が配置されており、原料ガス供給装置(図示せず)に接続されている。高周波電力供給手段102は真空導入機構(図示せず)を介して反応容器外部でマッチングボックス106に接続され、さらに高周波電源107に接続される。基体101はそれぞれ回転軸108上に設置され、さらに基体内部に収まるようにヒーター104が配置される。回転軸108には真空軸受け(図示せず)を介して反応容器外部でギヤ110が取り付けられ、さらにギヤ110にモーター109が接続される。

【0025】図1に示した装置を用いて、図2に示した基体1101上に電荷注入阻止層1102、光電極層1103、表面層1104を積層してなる層構成の電子写真感光体を形成する場合の手順はおおむね以下の様になる。まず、あらかじめ脱脂洗浄した基体101を反応容器100内の回転軸108上に設置し、反応容器100内を排気装置を動作して、反応容器内の圧力を0.01 Pa以下に排気する。ついでArなどの不活性ガスを

原料ガス供給手段105より所望の流量で反応容器内に導入し、圧力計(図示せず)を見ながら排気配管112に設置された排気バルブ(図示せず)を操作し、反応容器の圧力を所望の圧力に調整したうえで、ヒーター104によって基体101を20°C~500°Cの所望の温度に加熱0.01 Pa以下に排気する。

【0026】次に、原料ガス供給手段105より電荷阻止層に対する所望の原料ガスを供給し、再び圧力計を見ながら排気配管112に設置された排気バルブを操作し、反応容器の圧力を所望の圧力に調整する。圧力が安定したところで高周波電源107の出力を所望の電力に設定して、マッチングボックス106を調整し放電空間103内にグロー放電を生起させる。これによって、原料ガスが分解され基体101上に堆積膜が形成されるところとなる。この際、基体101はモーター109で回転させることにより、基体101上に全周にわたって均一に堆積膜を形成することができる。所望の厚さの電荷阻止層が形成されたところで、高周波電力を原料ガスの供給を止め、グロー放電を停止し、再度反応容器100内を0.01 Pa以下に排気する。以降、原料ガスをそれぞれ光導電層形成用、表面層形成用に入れ替え上記の操作を繰り返すことで所望の電子写真感光体を得ることができる。なお本実験では、高周波導入手段の材質としてステンレス(SUS304材)を用い、ブラスト法によって表面をあらわしている。

【0027】こうして作成した電子写真感光体8本について、おのおのの表面を顕微鏡によって表面を観察し、10平方センチメートルあたりの球状突起の数を調べた。この数については同時に形成した電子写真感光体8本すべてに対して計測し、その平均値を採用した。また、「しみ」については、同時に形成した電子写真感光体8本すべての表面を目視で観察し、「しみ」の発生個数を評価した。なお、「しみ」の発生個数は8本すべての「しみ」の発生個数の総和をとった。こうして得

(5)

た結果を図4および図5に示した。図4はそれぞれRzの値における直径5μm以上10μm未満の球状突起の数と、直径10μm以上の球状突起の数とを表した図である。図4において、直径5~10μm未満の球状突起の数と直径10μm以上の球状突起の数はRz=18.9、2μmの粗度の値を1とした相対評価で示した。また図5はそれぞれのRzの値における「しみ」の発生個数を表した図である。

【0028】なお、本発明における球状突起の直径について図6を用いて説明する。図6は堆積膜130上に発生した球状突起120の様子を仮想的に堆積膜の断面で示した図である。このとき堆積膜130の表面は実質的に平坦であって、顕微鏡等で観察すれば、球状突起が存在する箇所と、球状突起が存在しない箇所とを容易に区別することができる。球状突起の直径は、平坦な堆積膜130の表面に対して球状突起の境界上の任意に2点間の最大距離Rを測定した値である。

【0029】図4によれば、直径10μm以上の球状突起については、Rzが増加するに従って減少する傾向が見られ、いずれも良好なものであったが、直径5μm以上10μm未満の球状突起の数は大ききばらつき制層が困難であった。

【0030】さらに図5によれば、「しみ」の発生個数についても、発生個数がばらつき、Rzの値に対する依存性は見られなかった。

【0031】このように、直径5μm以上10μm未満の球状突起の数と「しみ」の発生は必ずしもRzの値に依存せず、制層が困難であることがわかった。

【0032】Rzの算出には、前記の様に、平均線からもっとも高い山頂から5番目までの山頂の距離(Yp1~Yp5)と、もっとも低い谷底から5番目までの谷底の距離(Yv1~Yv5)が用いられるのである。この方法は表面の凹凸の値を直感的に知るためには便利であるが、Rzの算出に関与しない山および谷の形状や、歪み曲線の平均線方向の情報は何らもたらされていない。

【0033】そこで本発明者は様々な粗さ曲線を持つ高周波電力導入手段を用いて実験を行った結果、球状突起の微、平均傾斜角(以下θaと表記)が5度以上45度以下になるように表面を粗すことで、直径5μm以上、特に直径5μm以上10μm未満の球状突起に対処効果的に減少させられることと、「しみ」の発生を防止できることを見出した。

【0034】本発明で用いたθaの算出方法を図7に示す。図7に示した式によれば、θaは測定物の歪み曲線から基準長さsだけ取り出し、取り出した粗さ曲線中のすべての局部山頂についてその前後の谷(局部谷底)からの距離(図7のH1からHn)の総和をとり、これを基準長さsで割った値の逆正接とされる。

【0035】たとえば、θaの値が大きい場合は、基準

長さ内に存在する局所山頂の数が多く、また、個々の局所山頂の高さが高い。これは、同じRzの値で比較した場合、Rzの算出にかかわらない比較的小さい凹凸が多数形成され、また、その個々の凹凸の高さも高くなる傾向を示している。このような表面では、微視的に見ても堆積膜と部材表面の接触面積が十分に確保されるので、直径10μm未満の球状突起の原因となるような微小な膜はがれを効果的に防止できる。したがって、θaの値は大きいほど球状突起を防止する効果が高く、5度以上とすることで十分な効果を得ることができる。逆に、θaの値が5度未満の場合には、表面がなだらかな傾向となり、Rzが前記の範囲であっても、微視的に見ると平坦な部分が多くなり、微小な膜はがれを防止するに十分な表面積を維持できない。

【0036】一方、「しみ」に対しては、θaは球状突起の場合と逆の作用を取る。θaが大きくなると、表面の凹凸が急峻になるため、谷の部分にダストを取り込みやすくなる。こうして取り込まれたダストが真空容器内を真空排気する際の圧力変動や、基体の加熱時または堆積膜形成のごく初期の湿度の変動を引き金に吐き出され、基体表面に付着して「しみ」を発生させるものと考えられる。

【0037】こうした部材の表面に残るダストは、基体の表面や堆積膜形成のごく初期に膜表面に付着しても、密度が低い状態であれば、堆積膜形成の過程で消失してしまうが、直径5μm未満のごく小さな球状突起として残るのみで、堆積膜の特性に影響を与えることは無い。しかしながら、θaが大きくなると、ダストをより多量に取り込みやすくなるため、これが吐き出された際に基体または堆積膜の表面に高密度に付着して「しみ」を形成するものと思われる。したがって、θaが大きくなるほど「しみ」が発生しやすい傾向となる。

【0038】本発明者らが行った実験によれば、「しみ」の発生はθaが45度を超えると顕著になることがわかった。このような理由からθaの好適な範囲は5度以上45度以下となる。

【0039】部材表面からの膜はがれを防止する場合、表面に所望のRzの値となるような凹凸をつけることで堆積膜との接触面積を広げ、密着性を向上させることが重要であり、その結果、堆積膜上に直径10μm以下の球状突起の発生を減少させる効果が得られるのは前述の実験のとおりである。しかし、同じ材質で同じRzを得るように表面を粗す場合には、条件によってθaの値がさまざま異なる場合がある。実験1の結果における直径5μm以上10μm未満の球状突起の数や「しみ」の発生個数のばらつきは、こうしたθaの違いによるものと考えられる。

【0040】以上のように、本発明においては、放電空間に接する部材の少なくとも一部の表面について、Rzとθaの両方を好適な範囲になるように表面を粗すこと

(5)

(6)

9  
が重要であって、 $R_z$ の値を $5\mu\text{m}$ 以上 $200\mu\text{m}$ 以下の範囲とすることで直径 $10\mu\text{m}$ 以上の球状突起の発生を抑える効果を得ると同時に、さらに $\theta_a$ の値を $5$ 度以上 $45$ 度以下の範囲とすることで直径 $5\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 未満の球状突起の発生を抑えるとともに、「しみ」の発生を防止することができるのである。

【0041】本発明では、真空雰囲気中で基体上に堆積膜を形成する堆積膜形成装置であれば、どのような装置であっても効果を得ることができる。このような装置としては、スパッタ法などに代表されるCVD装置や、グロー放電を利用するプラズマCVD装置などが挙げられる。特に、プラズマCVD装置においては、堆積膜形成に際して装置内の部材の温度条件などの環境変化が激しく、ダストの発生を起しやすいため、本発明を実施するのに好適である。また、グロー放電を生起するための電力も堆積膜形成装置の性能にあわせて使用でき、直流電力のほか、たとえばRF帯域やVHF帯域、マイクロ波帯域などの高周波電力でも本発明の効果が得られる。

【0042】本発明では、反応容器の内部を構成する部材の表面のうち少なくとも放電空間に接する一部の表面粗さを上記の範囲にすることで効果が得られる。これらの部材の例としてはたとえば反応容器の内壁、電力導入手段、原料ガス導入手段、基体上下を覆うダミー、回転軸などのほか、堆積膜形成中に堆積膜が付着する部分であればどのような箇所であっても効果を得ることができる。

【0043】また、本発明では、上記の部材の放電空間に接する面に防着板を設けることができる。この場合、防着板の表面の少なくとも放電空間に接する一部の表面粗さを上記の範囲にすることで本発明の効果を得ることができる。防着板を設けた場合、反応容器の内部のクリーニングが容易になると同時に、表面をあらす際の容易性が向上する効果があげられる。

【0044】これらの部材の材質は、上記の表面粗さが実現できるものであれば何であっても差し支えなく、部材の要求する機能によって選択できる。たとえば、導電性が要求される高周波電力導入手段や、シールド性が要求される反応容器には金属材料の中から選択できる。このような金属材料の例としては、Al、Cr、Mo、Au、In、Ni、Ti、Pt、Feやこれらの合金があげられるほか、絶縁材料の表面に導電層を形成したものも使用できる。この場合は、たとえばプラズマ溶射法のように直接表面を粉体でコーティングする方法や、化学めっき法などの方法が採れるが、化学めっき法などの場合には表面粗さを損なわないよう条件に注意が必要となる。

【0045】また、機能上導電性が要求されない部材たとえば防着板、原料ガス導入手段等には、上記の金属材料に加えて、絶縁材料も使用できる。これらの絶縁材料の例としてはたとえば、PTFE、ポリカーボ

10

ネート等の樹脂材料、石英ガラス、バイレックス（登録商標）ガラス等のガラス類のほか、アルミナ、ジルコニア、ムライト、コージュライト、炭化硅素、窒化硼素、窒化アルミ等のセラミックス材料に加え、これらの混合物が使用できる。

【0046】上記の絶縁材料の中でも、セラミックス材料は堆積膜の密着性が高く、球状突起発生防止のために特に有効である。さらにセラミックス材料の中でもアルミナ、窒化硼素、窒化アルミは露電正接や絶縁抵抗等の電気特性にすぐれ、高周波電力の吸収が少ないことから、反応容器内部を構成する部材とわりけ防着板として好適である。

【0047】上記に例示した材料の表面をあらす方法は、 $R_z$ が $5\mu\text{m}$ 以上 $200\mu\text{m}$ 以下の範囲でかつ、 $\theta_a$ が $5$ 度以上 $45$ 度以下の範囲を得られる方法であればいずれの方法でも差し支えない。たとえば、投射体を高圧で吹き付けるブラスト法や、微粒子を高圧高温でコーティングするプラズマ溶射法、エッチング法、切削や研削による機械加工等があげられるが、中でもブラスト法、プラズマ溶射法は、使用する投射体や微粒子の粒径などの条件を変えることで表面の粗さを側面しやすく、所望の $R_z$ と $\theta_a$ を得ることが容易なため望ましい手段として挙げられる。表面を粗す方法としてプラズマ溶射法を採用する場合には、上記で例示した金属材料上にセラミックス材料を溶射する事もできる。

【0048】本発明で電子写真感光体を作成する場合は、おおよそ上記実験で例示した手順で形成される。本発明で使用される基体は、導電性でも電気絶縁性であってもよい。導電性基体としては、Al、Cr、Mo、Au、In、Nb、Te、V、Ti、Pt、Pd、Fe等の金属、およびこれらの合金、例えばステンレス、等が挙げられる。また、ポリエチレン、ポリエチレン、ポリカーボネート、セルロースアセテート、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、ポリスチレン、ポリアミド等の合成樹脂のフィルムまたはシート、ガラス、セラミックス等の電気絶縁性基体の少なくとも光受容層を形成する側の表面を導電処理した基体も用いることができる。こうした基体は、堆積膜形成中は $20^\circ\text{C}$ 〜 $500^\circ\text{C}$ の所望の温度に加熱することができる。

【0049】本発明においてアモルファスシリコン（ $a\text{-Si:H}$ ）よりなる堆積膜を形成する場合には、原料ガスとして $\text{SiH}_4$ 、 $\text{Si}_2\text{H}_6$ 、 $\text{Si}_3\text{H}_8$ 、 $\text{Si}_4\text{H}_{10}$ 等のガス状態の、またはガス化し得る水素化硅素（シラン類）が有効に使用されるものとして挙げられ、更に層化成長時の取り扱い易さ、 $\text{Si}$ 供給効率の良さ等の点で $\text{SiH}_4$ 、 $\text{Si}_2\text{H}_6$ が好ましいものとして挙げられる。また必要に応じてこれらのガスに加えて導電性を制御する原始を含むガスを用いることもできる。伝導性を制御する原子としては、半導体分野における、いわゆる不純物を挙げることができ、P型伝導特性を与える炭素原子13

(7)

11

族に属する原子（以後「13族原子」と略記する）またはn型伝導特性を考える周期表15族に属する原子（以後「15族原子」と略記する）を用いることができる。13族原子導入用の原料物質として具体的には、硼素原子導入用としては、 $B_2H_6$ 、 $B_4H_{10}$ 、 $B_5H_9$ 、 $B_5H_{11}$ 、 $B_6H_{10}$ 、 $B_6H_{12}$ 、 $B_6H_{14}$ 等の水素化硼素、 $BF_3$ 、 $BCl_3$ 、 $BBR_3$ 等のハロゲン化硼素等が挙げられる。その他、 $AlCl_3$ 、 $GaCl_3$ 、 $Ga(CH_3)_3$ 、 $InCl_3$ 、 $TlCl_3$ 等も挙げることができる。

【0050】15族原子導入用の原料物質として有効に使用されるのは、燐原子導入用としては、 $PH_3$ 、 $P_2H_4$ 等の水素化燐、 $PH_4I$ 、 $PF_3$ 、 $PF_5$ 、 $PCl_3$ 、 $PCl_5$ 、 $PBR_3$ 、 $PBR_5$ 、 $PI_3$ 等のハロゲン化燐が挙げられる。その他、 $AsH_3$ 、 $AsF_3$ 、 $AsCl_3$ 、 $AsBr_3$ 、 $AsF_5$ 、 $SbH_3$ 、 $SbF_3$ 、 $SbF_5$ 、 $SbCl_3$ 、 $SbCl_5$ 、 $BiH_3$ 、 $BiCl_3$ 、 $BiBr_3$ 等も15族原子導入用の出発物質の有効なものとして挙げることができる。また、これらの伝導性を制御する原子導入用の原料物質を必要に応じて $H_2$ および/または $He$ により希釈して使用してもよい。

【0051】また、アモルファス炭化シリコン（ $a-SiC$ ）よりなる層を形成する場合には、前記原料ガスのほかに、 $CH_4$ 、 $C_2H_6$ 、 $C_3H_8$ 、 $C_4H_{10}$ 等のガス状態の、またはガス化し得る物質が使用できる。例えばアモルファス炭化シリコン（ $a-SiC$ ）を形成する場合には、前記の原料ガスのほかに、酸素原子導入用のガスとして使用出来るものとして、酸素（ $O_2$ ）、オゾン（ $O_3$ ）、一酸化窒素（ $NO$ ）、二酸化窒素（ $NO_2$ ）、一酸化二窒素（ $N_2O$ ）、三酸化二窒素（ $N_2O_3$ ）、四酸化二窒素（ $N_2O_4$ ）、五酸化二窒素（ $N_2O_5$ ）、三酸化窒素（ $NO_3$ ）、シリコン原子（ $Si$ ）と酸素原子（ $O$ ）と水素原子（ $H$ ）とを構成原子とする例えば、ジシロキサン（ $H_3SiOSiH_3$ ）、トリシロキサン（ $H_3SiOSiH_2OSiH_3$ ）等の低級シロキサン等を挙げることができる。本発明において、例えばアモルファス窒化シリコン（ $a-SiN$ ）を形成する場合には、前記の原料ガスのほかに、窒素原子導入用のガスとして使用出来るものとして、窒素（ $N_2$ ）、アンモニア（ $NH_3$ ）、ヒドラジン（ $H_2NNH_2$ ）、アジ化水素（ $HN_3$ ）等のガス状のまたはガス化し得る窒素、窒素物及びアジ化物等の窒素化合物を挙げることができる。

【0052】本発明で使用する高周波電力の周波数はいづれのものであっても差し支えない。たとえば13.56MHzのRF帯域や、2.45GHzのマイクロ波帯域のほか105MHzのVHF帯域が使用できる。高周波電力は目的とする通常基板1体あたり10～5000Wの範囲が好ましい。また反応容器の圧力についても同様に通常の場合、0.01Pa～1000Paの範囲が好ましいものとされる。

【0053】これら基板温度、使用するガス種及び流

12

量、高周波電力、反応容器の圧力はそれぞれ個別の、一義的に決定されるものではなく、目的とする堆積膜の特性により最適範囲を選択するのが望ましい。

【0054】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実験例及び実施例について詳細に説明するが、本発明はこれらによって何ら限定されるものではない。

【0055】（実験例1）図1の堆積膜形成装置を用いて、図2に示した電子写真用感光体を表1の条件で作成した。本実験例では、高周波電力導入手段の表面をプラスト法によって $R_z$ をほぼ一定とし、 $\theta_a$ の値を変化させたものを使用した。それぞれの $\theta_a$ と $R_z$ は表2に示した。なお、表2の $\theta_a$ と $R_z$ はおおのほ高周波電力導入手段の表面上に任意に10点選んで $\theta_a$ と $R_z$ を測定し、その平均値を採った。

【0056】

【表2】

試料No.	$\theta_a$ (度)	$R_z$ ( $\mu m$ )
1	2.4	25.3
2	5.1	24.4
3	11.7	26.5
4	25.3	25.1
5	38.5	26.4
6	44.8	23.9
7	48.8	24.6
8	55.4	25.9

こうして作成した8本の電子写真用感光体について、前記実験1の場合と同様にして、直径5 $\mu m$ 以上10 $\mu m$ 未満の球状突起の数と、直径10 $\mu m$ 以上の球状突起の数、「しみ」の発生箇所について評価した。その結果を表8および図9に示す。図8は $\theta_a$ に対する直径5 $\mu m$ 以上10 $\mu m$ 未満の球状突起の数、および直径10 $\mu m$ 以上の球状突起の数を示し、図9は $\theta_a$ に対する「しみ」の発生箇所を示した図である。

【0057】なお、図8では、直径5～10 $\mu m$ 未満の球状突起の数と、直径10 $\mu m$ 以上の球状突起の数それぞれについて試料3（ $\theta_a=11.7$ 度、 $R_z=26.5\mu m$ ）の値を1として相対値で比較した。なお、この時の値は先の実験で基準とした値に対して直径5～10 $\mu m$ 未満の球状突起については0.31倍、直径10 $\mu m$ 以上の球状突起については1.41倍であった。

【0058】図8の結果によれば、 $\theta_a$ が約5度未満では直径5～10 $\mu m$ 未満の球状突起の数が急激に増加している。これは $\theta_a$ が5度未満では堆積膜の微視的に見て平坦な部分形成し、膜はがれを防止するのに十分な凹凸が得られなくなったことによると思われる。 $\theta_a$ が5.1度以上では、直径5 $\mu m$ 以上10 $\mu m$ 未満の球状突起は徐々に減少する傾向を示す。一方図9の結果によれば、「しみ」については、 $\theta_a$ が4.8度以下では



(8)

13

まったく観測されなかったが、4.8、8度以上では増加する傾向が見られた。また、直径が10  $\mu\text{m}$ 以上の球状突起については、ほぼ一定の値となった。

【0059】(実験例2) 図1の堆積膜形成装置を用いて、図2に示した電子写真用感光体を表1の条件で作成した。本実験例では、高周波電力導入手段の表面をプラスト法によって $\theta a$ をほぼ一定とし、 $Rz$ を変化させたものを使用した。それぞれの $\theta a$ と $Rz$ は表3に示した。なお、表3の $\theta a$ と $Rz$ はおおのほ高周波電力導入手段の表面上を任意に10点選んで $\theta a$ と $Rz$ を測定し、その平均値を取った。

【0060】

【表3】

試料No.	$\theta a$ (度)	$Rz$ ( $\mu\text{m}$ )
9	19.6	1.8
10	20.3	3.8
11	20.9	6.3
12	18.8	16.7
13	19.1	55.8
14	20.5	98.1
15	19.8	153.3
16	20.4	204.5

こうして作成した電子写真用感光体について、実験1と同様に直径5~10  $\mu\text{m}$ 未満の球状突起と、直径10  $\mu\text{m}$ 以上の球状突起の数と「しみ」の発生個数について評価した。

【0061】その結果を図10に示す。なお、図10では、直径5~10  $\mu\text{m}$ 未満の球状突起の数と、直径10  $\mu\text{m}$ 以上の球状突起の数それぞれについて実験例1の試料3 ( $\theta a=11.7$ 度、 $Rz=26.5 \mu\text{m}$ )の値を1として相対値で比較した。図10の結果によれば、 $R^*$

14

\*  $z$  が約5  $\mu\text{m}$ 以下では $\theta a$ が良好な範囲であっても、直径10  $\mu\text{m}$ 以上の球状突起の数と、直径5~10  $\mu\text{m}$ 未満の球状突起の数がともに急激増加している。これは $Rz$ が10度以下では直径10  $\mu\text{m}$ 以上の球状突起の数を誘発する膜はがれを抑えることができず、その影響で直径5~10  $\mu\text{m}$ 未満の球状突起の数も増加するとみられる。また、 $Rz$ が大きくなるにつれて、直径10  $\mu\text{m}$ 以上の球状突起の数と、直径5~10  $\mu\text{m}$ 未満の球状突起の数の双方とも減少する傾向にある。なお、実験例2ではいずれの試料でも「しみ」の発生は観測されなかった。

【0062】以上実験例1及び2の結果から、直径10  $\mu\text{m}$ 以上の球状突起は主として $Rz$ の値に依存し、 $\theta a$ が良好な範囲であっても、 $Rz$ が良好な範囲を外れれば増加することがわかった。一方、直径5~10  $\mu\text{m}$ 未満の球状突起を誘発する微少な膜はがれは主として $\theta a$ に依存すると考えられるが、直径10  $\mu\text{m}$ 以上の球状突起が増えるような状況ではその影響によって直径5~10  $\mu\text{m}$ 未満の球状突起の数も増える。すなわち、本発明においては $Rz$ を5  $\mu\text{m}$ 以上200  $\mu\text{m}$ 以下でかつ、 $\theta a$ を5度以上45度以下の範囲にすることが球状突起と「しみ」の発生を防止する上で重要である。

【0063】(実施例1) 図1の堆積膜形成装置の高周波電力導入手段に、アルミ(A5052材)、ステンレス(SUS304)、アルミナ、窒化ホウ素、窒化アルミ、ムライト、炭化建素の6種類の材料で作成し、アルミ、ステンレスについては母材と同じ材質をプラズマ溶射法にてコーティングしたものを、他の材質についてはプラスト法によって表面を粗したものを防着板として設置し、表4の条件で電子写真用感光体を作成した。

【0064】

【表4】

層構成	電荷注入阻止層	光導電層	遮光層
原料ガス流量			
SiH <sub>4</sub> (ml/min (normal))	120	120	80
H <sub>2</sub> (ml/min (normal))	600		
流量 (psa)	1000	0.5	
(SiH <sub>4</sub> に対して)			
CH <sub>4</sub> (ml/min (normal))			250
基板温度 (°C)	280	260	220
内圧 (Pa)	3	3	6
高周波電力 (105MHz)	500	600	600
間隙 ( $\mu\text{m}$ )	3	28	0.5

表4において層厚はおおよそその目安を示している。

【0065】また本実施例で使用した防着板の表面粗さを表5に示した。

【0066】

【表5】

試料No.	材質	$\theta a$ (度)	$Rz$ ( $\mu m$ )
17	アルミ (A5052)	23.1	28.5
18	ステンレス (SUS304)	26.5	25.7
19	アルミナ	20.8	26.8
20	窒化ホウ素	22.5	23.6
21	窒化アルミ	26.1	28.9
22	ムライト	21.6	29.0
23	炭化けい素	18.9	24.8

なお、表5中の $Rz$ 及び $\theta a$ の値は、実験例1と同様にそれぞれの試料の表面を任意に選んだ10点についてそれぞれ計測し、その平均値を採った。こうして作成した8本の電子写真用感光体について、実験例1と同様に直径5~10 $\mu m$ 未満の球状突起と、直径10 $\mu m$ 以上の球状突起の数、「しみ」の発生個数を評価した。その結果を表6に示した。表6において、直径5~10 $\mu m$ ※

\* $\mu m$ 未満の球状突起の数と直径10 $\mu m$ 以上の球状突起の数はそれぞれ実験例1で使用した試料4（材質ステンレス：SUS304、 $S=11.7$ 度、 $Rz=26.5\mu m$ ）の値を1とした相対評価で示した。

【0067】

【表6】

試料No.	材質	直径5~10 $\mu m$ 未満の球状突起の数	直径10 $\mu m$ 以上の球状突起の数
17	アルミ (A5052)	0.96	1.07
18	ステンレス (SUS304)	0.98	0.96
19	アルミナ	0.52	0.55
20	窒化ホウ素	0.54	0.53
21	窒化アルミ	0.57	0.56
22	ムライト	0.76	0.81
23	炭化けい素	0.79	0.54

表6の結果から、いずれの材質の防着板においても本発明の効果を得ることができた。また、材質をセラミックスとすることが、球状突起の抑制により効果的であることが分かった。中でもアルミナ、窒化ホウ素、窒化アルミの3種類のセラミックスで最も高い効果が得られた。これは、アルミナ、窒化ホウ素、窒化アルミがセラミックス材料の中でも特に電気特性にすぐれるため、高周波電力の吸収が低く極端な昇温を起こし難くなることによって、他のセラミックス材料の場合に比べて堆積膜中の応力を緩和させるためと考えられる。また、いずれの※

※※試料においても「しみ」の発生は観測されなかった。

【0068】（比較例1）実験例1と同様に、図1の堆積膜形成装置の高周波電力導入手段に、アルミナ、窒化ホウ素、窒化アルミの3種類の材料で作成した表面をプラスト法によって粗した防着板を設置し、表4の条件で電子写真用感光体を作成した。本比較例で使用した防着板の表面粗さを表7に示した。

【0069】

【表7】

試料No.	材質	$\theta a$ (度)	$Rz$ ( $\mu m$ )
24	アルミナ	3.8	53.1
25	アルミナ	62.4	56.7
26	窒化ホウ素	3.2	69.1
27	窒化ホウ素	49.1	65.6
28	窒化アルミ	2.6	59.1
29	窒化アルミ	53.2	54.3

なお、表7中の $\theta a$ および $Rz$ の値は、実験例1と同様にそれぞれの試料の表面を任意に選んだ10点についてそれぞれ計測し、その平均値を採った。こうして作成した8本の電子写真用感光体について、実験例1と同様に

直径5~10 $\mu m$ 未満の球状突起と、直径10 $\mu m$ 以上の球状突起の数、「しみ」の発生個数を評価した。その結果を表8に示した。表8において、直径5~10 $\mu m$ 未満の球状突起の数と直径10 $\mu m$ 以上の球状突起

(10)

17

の数はそれぞれ実験例1で使用した試料1(材質ステン \* [0070]  
レス: SUS304、S=11.7度、Rz=26.5 [表8]  
μm)の値を1とした相対評価で示した。 \*

試料No.	材質	直径5~10μm未満の球状突起の数	直径10μm以上の球状突起の数	「しみ」の発生 箇所
24	アルミナ	3.8	0.48	0
25	アルミナ	0.61	0.48	8
26	酸化ホウ素	3.1	0.50	0
27	酸化ホウ素	0.56	0.48	2
28	酸化アルミ	3.5	0.48	0
29	酸化アルミ	0.61	0.48	4

以上表8の結果から、θaの値が5度未満の場合には直径5~10μm未満の球状突起の数が増加していることがわかる。また、θaが45度を超えると「しみ」が発生することがわかる。

【0071】(実験例2)図1の堆積膜形成装置の高周波電力導入手段に、アルミ(A5052材)、アルミナ※

※の2種類の材料で作成し、プラスト法によって表面を粗したものを防着板として設置し、表9の条件で電子写真用感光体を作成した。

【0072】

【表9】

要項	電荷注入防止層	光増感層	基板面
原料ガス流量 SiH <sub>4</sub> (ml/min (normal))	160	160	20
流量 (SiH <sub>4</sub> に対して)	1000	0.8	
CH <sub>4</sub> (ml/min (normal))			250
基板温度 (°C)	280	300	300
内圧 (Pa)	10	10	10
高周波電力 (W) (50MHz)	600	1000	300
層厚 (μm)	3	35	2.1

表9において層厚はおおよその目安を示している。 \*

【0073】また、本実施例で用いた防着板の表面粗さ ※ [表10]

を表10に示した。

\*

試料No.	材質	θa(度)	Rz(μm)
30	アルミ (A5052)	32.8	138.7
31	アルミナ	29.9	140.5

なお、表10中のθaおよびRzの値は、実験例1と同様にそれぞれの試料の表面を任意に選んだ10点についてそれぞれ計測し、その平均値を採った。

【0075】(比較例2)図1の堆積膜形成装置の高周波電力導入手段に、アルミ(A5052材)、アルミナ※の2種類の材料で作成し、プラスト法によって表面をθa

※の値が45度を超えるように粗したものを防着板として設置し、表9の条件で電子写真用感光体を作成した。本比較例で用いた防着板の表面粗さを表11に示した。

【0076】

【表11】

試料No.	材質	θa(度)	Rz(μm)
32	アルミ (A5052)	49.2	138.7
33	アルミナ	61.0	140.5

なお、表11中のθaおよびRzの値は、実験例1と同様にそれぞれの試料の表面を任意に選んだ10点についてそれぞれ計測し、その平均値を採った。

【0077】(比較例3)図1の堆積膜形成装置の高周波電力導入手段に、アルミ(A5052材)、アルミナ※の2種類の材料で作成し、プラスト法によって表面をθ

(11)

20

aの値が5度未満になるように粗したものを防着板として設置し、表9の条件で電子写真用感光体を作成した。

\* [0078]

【表12】

本比較例で用いた防着板の表面組成を表12に示した。\*

試料No.	材質	$\theta a$ (度)	$Rz$ ( $\mu m$ )
34	アルミナ	3.9	135.6
35	アルミナ	4.1	132.8

なお、表12中の $\theta a$ および $Rz$ の値は、実施例1と同様にそれぞれの試料の表面を任意に選んだ10点についてそれぞれ計測し、その平均値を算出した。

【0079】以上、実施例2及び比較例2、比較例3で作成した電子写真用感光体について、直径5~10 $\mu m$ 未満の球状突起の数と直径10 $\mu m$ 以上の球状突起の数、「しみ」の発生個数について、実施例1と同様について評価した。また、それぞれの電子写真用感光体について白ぼちと黒ぼちについて以下の方法で評価した。

【0080】・白ぼちのおのの電子写真用感光体を電子写真装置（キヤノン社製NP6085を実装用に改造したもの）にセットして画像露光を切り、全面黒色画像（ベタ黒画像）を作成する。こうして作成したベタ黒画像を目視で観察し白ぼちの有無を評価した。

【0081】白ぼちについて

◎・・・きわめて良好（白ぼちを確認できない）

○・・・良好（白ぼちが確認できるが、いずれも極微で視認は難しい）

△・・・実用上問題なし（白ぼちが確認できるが、画像読み取り上は支障なし）

※・・・画像上の欠陥が顕著で実用できない

の4段階で評価した。

【0082】・黒ぼちのおのの電子写真用感光体を電子写真装置（キヤノン社製NP6085を実装用に改造したもの）にセットして原料台に白紙を置き、前面白色画像（ベタ白画像）を作成する。こうして作成したベタ白画像を目視で観察し黒ぼちの有無を評価した。

【0083】黒ぼちについて

◎・・・きわめて良好（黒ぼちを確認できない）

○・・・良好（黒ぼちが確認できるが、いずれも極微で視認は難しい）

△・・・実用上問題なし（黒ぼちが確認できるが、画像読み取り上は支障なし）

※・・・画像上の欠陥が顕著で実用できない

の4段階で評価した。

【0084】以上、実施例2及び比較例2、比較例3の結果を合わせて表13に示した。

【0085】

【表13】

	試料No.	直径5以上10未満の突起の数の平均値	直径10以上の突起の数の平均値	「しみ」の発生個数	白ぼち	黒ぼち
実施例2	30	2.23	0.88	0	◎	◎
	31	1.08	0.57	0	◎	◎
比較例2	32	0.89	0.91	1	○	○
	33	0.96	0.51	3	○	○
比較例3	34	4.28	0.86	0	○	○
	35	3.21	0.49	0	○	○

なお、表13において直径5~10 $\mu m$ 未満の球状突起の数および直径10 $\mu m$ 以上の球状突起の数はそれぞれ実施例1で使用した試料4（材質ステンレス：SUS304、S=11.7度、 $Rz=26.5\mu m$ ）の値を1とした相対評価で示した。

【0086】表13の結果から、本発明の表面組成を持つ試料30および試料31の防着板ではいずれの項目も良好な結果が得られた。一方、試料32および33についてはいずれも「しみ」の発生が見られ、試料34および35では直径5~10 $\mu m$ 未満の球状突起の数が増加するとともに、コピー画像上でも特に黒ボチの悪化が見られた。

【0087】（実施例3）図11に本実施例で用いた堆積膜形成装置の模式図を示した。図11において、

(a)は電子写真用感光体形成用の堆積膜形成装置の横断面、(b)は縦断面を示している。図11の装置は真空容器（反応容器）200がセラミックス材料で構成され、蓋214と底板212とあわせて減圧可能な構成となっている。真空容器200の概ね中心に排気配管215が置かれ、その周囲に加熱（図13の例では6本）の基体201が配置される。基体201は回転軸208に連結され、ギヤ210を介してモーター209により回転可能である。原料ガス導入手段205は基体201の配置円の外側に同心円上に配置され、反応容器200内に原料ガスを供給する。高周波電力導入手段202は反応容器200の外側に同心円上に配置される。この場合、高周波電力は高周波電源207からマッチングボックス206を経て、シールド211内に導入されたのち、複

(12)

21

表(図11の例では6本)の高周波電力導入手段202  
に供給される。

【0088】図11に示した装置を用いて表14の条件  
で堆積膜を電子写真用感光体を形成した。なお、本実施

22

\*例での電子写真用感光体の形成手順は実験1と同様の手  
順でおこなった。

【0089】

【表14】

原料ガス流量	電荷注入阻止層	光導電層	遮光層
SiH <sub>4</sub> (mL/min (normal))	150	150	20
B <sub>2</sub> H <sub>6</sub> (type)	1000	0.3	
(SiH <sub>4</sub> に対して)			
CH <sub>4</sub> (mL/min (normal))			250
基板温度 (°C)	280	300	300
内径 (φ)	5	5	10
高周波電力 (W)	800	600	300
(10.6 MHz)			
膜厚 (μm)	3	25	0.5

表14において膜厚はおおよその目安を示している。

※らの部材の材質と表面粗さを示した。

【0090】本実施例では、反応容器200の材質と内

【0091】

面の表面粗さで行った。表15に本実施例で用いたこれ

【表15】

部材	材質	θa (度)	Rz (μm)
反応容器	アルミナ	9.8	17.2
	ムライト	13.5	21.5
	酸化アルミ	28.5	160.3
	炭化けい素	31.6	68.8

また、本実施例では、ダミー216、原料ガス導入手段  
205、回転軸208の堆積膜が付着する表面の粗さに  
ついても制御をおこなった。表16にそれぞれの部材の★

★材質と表面粗さを示す。

【0092】

【表16】

部材	材質	θa (度)	Rz (μm)
ダミー	アルミ (A6062)	6.8	182.6
原料ガス導入手段	アルミナ	15.6	22.8
回転軸	ステンレス (SUS304)	42.5	158.2

なお、表15と表16において、θaおよびRzの値  
は、実験例1と同様にそれぞれの試料の表面を任意に選  
んだ10点についてそれぞれ計測し、その平均値を採っ  
た。

【0093】こうして作成した6本の電子写真用感光体  
について、実施例2と同様にして直径5μm以上10μ  
m未満の球状突起の数、直径10μm以上の球状突起の  
数、「しみ」の発生個数、白ぼち、黒ぼちについて評価★

★した。

【0094】以上、実施例3の結果を表17に示す。な  
お、表17において、直径5μm以上10μm未満の球  
状突起の数、直径10μm以上の球状突起の数は本実施  
例において反応容器をアルミナにした場合をそれぞれ1  
として相対比較した。

【0095】

【表17】

	材質	直径5μm以上10μm未満の球状突起の発生数	直径10μm以上の球状突起の発生数	「しみ」の発生個数	白ぼち	黒ぼち
反応容器	アルミナ	1	0	0	0	0
	ムライト	0.95	0.92	0	0	0
	酸化アルミ	0.81	0.83	0	0	0
	炭化けい素	0.85	0.89	0	0	0

表17の結果から、本発明の表面粗さを持ついずれの反  
応容器についても良好な結果が得られた。

【0096】(比較例4) 実施例3のアルミナを反応容  
器として用いた図11に示した堆積膜形成装置に、ダミ

一、原料ガス導入手段、回転軸として、表18に示した  
両面粗さのものを設置し、実施例3と同様に電子写真用  
感光体を作成した。

【0097】

(13)

【表18】

材料	材質	$\theta a$ (度)	$Rz$ ( $\mu m$ )
ダミー	アルミ (A5052)	4.2	81.3
原料ガス導入手段	アルミナ	3.6	85.0
回路軸	ステンレス (SUS304)	4.6	80.2

表18中の $\theta a$ および $Rz$ の値は、実施例1と同様にそれぞれの試料の表面を任意に選んだ10点についてそれぞれ計測し、その平均値を採った。

【0098】こうして作成した6本の電子写真用感光体について、実施例2と同様に球状突起の数、「しみ」発生個数、白ぼち、黒ぼちについて評価した。

【0099】(比較例5) 実施例3のアルミナを反応容\*

\*器として用いた図11に示した堆積膜形成装置に、ダミー、原料ガス導入手段、回転軸として、表19に示した両面粗さのものを設置し、実施例3と同様に電子写真用感光体を作成した。

【0100】

【表19】

材料	材質	$\theta a$ (度)	$Rz$ ( $\mu m$ )
ダミー	アルミ (A5052)	4.8.3	81.3
原料ガス導入手段	アルミナ	51.3	69.1
回路軸	ステンレス (SUS304)	49.3	63.6

表12中の $\theta a$ および $Rz$ の値は、実施例1と同様にそれぞれの試料の表面を任意に選んだ10点についてそれぞれ計測し、その平均値を採った。

【0101】こうして作成した6本の電子写真用感光体について、実施例2と同様に球状突起の数、「しみ」発生個数、白ぼち、黒ぼちについて評価した。

【0102】以上、比較例4および比較例5の結果を表※

※20に示す。なお、表20において、直径 $5\mu m$ 以上 $10\mu m$ 未満の球状突起の数、直径 $10\mu m$ 以上の球状突起の数は実施例3において反応容器をアルミナにした場合をそれぞれ1として相対比較した。

【0103】

【表20】

	直径 $5\sim 10\mu m$ 未満の球状突起の数	直径 $10\mu m$ 以上の球状突起の数	「しみ」の発生個数	白ぼち	黒ぼち
比較例4	3.8	0.95	0	○	○
比較例5	0.92	0.98	2	◎	◎

以上、表20の結果から、ダミー、原料ガス導入手段、回転軸に対して、 $\theta a$ が本発明の範囲から外れたと直径 $5\mu m$ 以上 $10\mu m$ 未満の球状突起の数や「しみ」の悪化が見られることがわかった。

【0104】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、堆積膜形成装置を構成する部材のうち、放電空間に面する少なくとも一部の表面を十点平均粗さ( $Rz$ )で $5\mu m$ 以上 $200\mu m$ 以下とし、かつ、その表面の平均傾斜角( $\theta a$ )を5度以上45度以下とすることで、堆積膜形成装置内での膜はがれを効果的に防止でき、堆積膜の異常成長や「しみ」の発生を効果的に防止することが可能な堆積膜形成装置および堆積膜形成方法を実現できる。特に電子写真用感光体を形成した場合、コピー画像上の白ぼち、黒ぼちの画像欠陥を効果的に抑制することができ、品質に優れたアモルファスシリコン系の電子写真用感光体の形成方法を実現できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】(A)は堆積膜形成装置の横断面の模式図、

(B)は堆積膜形成装置の縦断面の模式図である。

【図2】電子写真用感光体の層構成を示す図である。

【図3】10点平均粗さ( $Rz$ )の定義を説明するための図である。

【図4】平均傾斜角( $\theta a$ )が制御されていない高周波電力導入手段を用いた場合に発生する球状突起の数を示す図である。

【図5】平均傾斜角( $\theta a$ )が制御されていない高周波電力導入手段を用いた場合に発生する「しみ」の発生個数を示す図である。

【図6】本発明における球状突起の直径を表す図である。

【図7】平均傾斜角( $\theta a$ )の定義を説明するための図である。

【図8】実施例1における球状突起の数を示す図である。

【図9】実施例1における「しみ」の発生個数を示す図である。

【図10】実施例2における球状突起の数を示す図である。

【図11】(A)は堆積膜形成装置の横断面の模式図、

(14)

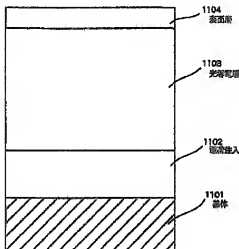
25

(B)は堆積膜形成装置の縦断面の模式図である。

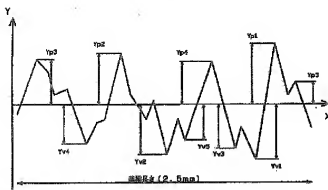
〔符号の説明〕

- 100 反応容器  
 101、201 基体  
 102、202 高周波電力導入手段  
 103、203 放電空間  
 104、204 ヒーター  
 105、205 原料ガス導入手段  
 106、206 マッチングボックス  
 107、207 高周波電源  
 108、208 回転軸  
 109、209 モーター

〔図2〕



〔図3〕

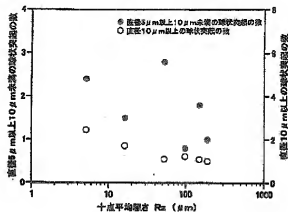


$$Rz = \frac{|Yp1 + Yp2 + Yp3 + Yp4 + Yp5| + |Yv1 + Yv2 + Yv3 + Yv4 + Yv5|}{5}$$

26

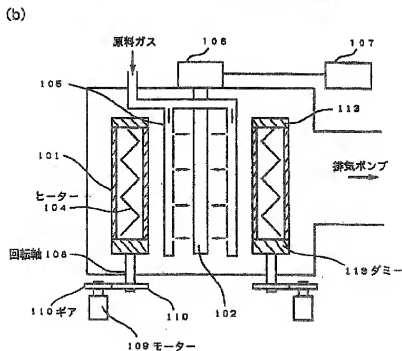
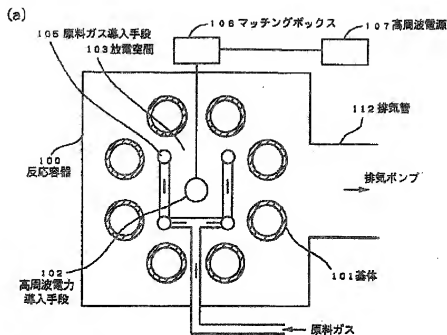
- 110、210 キヤ  
 112、215 排気管  
 113、216 ダミー  
 120 球状突起  
 130 堆積膜  
 211 シールド  
 212 底板  
 214 蓋  
 1101 基体  
 1102 電荷注入阻止層  
 1103 光電絶縁層  
 1104 表面層

〔図4〕



(15)

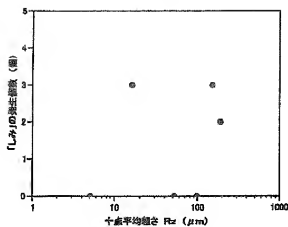
【図1】



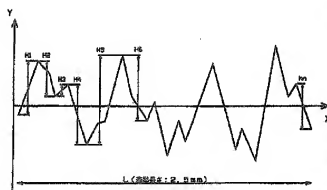


(16)

【図5】

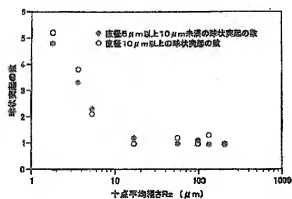


【図7】

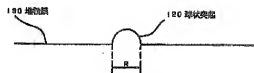


$$\theta = \tan^{-1} \left( \frac{H1 + H2 + H3 + H4 + \dots + Hn}{L} \right)$$

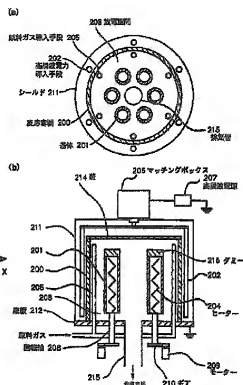
【図10】



【図6】

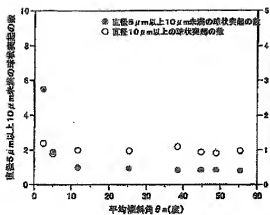


【図11】

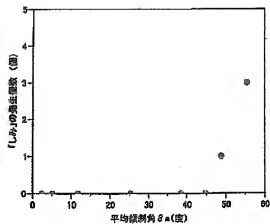


(17)

【図8】



【図9】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

フィード (参考)

H 0 1 L 21/205

H 0 1 L 21/205

31/04

31/04

V

(72) 発明者 細井 一人  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(72) 発明者 大塚 崇志  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(72) 発明者 田澤 大介  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(72) 発明者 青池 達行  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(72) 発明者 白砂 寿康  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

Fターム (参考) 2H068 DA06 EA24  
4K030 AA06 BA30 KA46 LA17  
5F045 AA08 AB04 AC01 AD06 AE17  
BB16 BB17 CA16 DP25 EC05  
5F051 AA05 CA15 CA18